

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b>  AOXLAB S.A.S	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

# **PLN-TC-052-01**

## **Plan de verificación de proteína en alimentos**

AOXLAB S.A.S.



	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

## ÍNDICE

<b>1. OBJETIVO Y ALCANCE.....</b>	<b>4</b>
<b>1.1 Objetivo.....</b>	<b>4</b>
<b>1.2 Alcance.....</b>	<b>4</b>
<b>2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....</b>	<b>4</b>
<b>2.1 Definiciones.....</b>	<b>4</b>
<b>2.2 Notaciones.....</b>	<b>4</b>
<b>3. REFERENCIAS.....</b>	<b>4</b>
<b>4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.....</b>	<b>5</b>
<b>5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A CONFIRMAR.....</b>	<b>5</b>
<b>6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....</b>	<b>5</b>
<b>6.1 CARACTERISITICAS DE DESEMPEÑO A EVALUAR.....</b>	<b>5</b>
<b>6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>5</b>
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal.....	7
<b>7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.....</b>	<b>7</b>
<b>8. CONCLUSIONES DE LA CONFIRMACIÓN.....</b>	<b>7</b>
<b>9. INFORME.....</b>	<b>7</b>
<b>10. RESPONSABILIDADES.....</b>	<b>8</b>
<b>10.1 Director Técnico.....</b>	<b>8</b>
<b>10.2 Líder de Laboratorio.....</b>	<b>8</b>
<b>10.3 Analistas.....</b>	<b>8</b>
<b>11. FORMATOS RELACIONADOS.....</b>	<b>8</b>
<b>12. ANEXOS.....</b>	<b>9</b>

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1 Objetivo.

Establecer la lista de características de desempeño a evaluar, los respectivos criterios de aceptación y describir el diseño experimental para realizar la verificación del método analítico PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína Método Kjeldahl, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 936.15, 2001.11 y J. AOAC Int 85, 309 (2002).

El desempeño del método analítico será evaluado sobre las siguientes matrices:

- Aguas
- Cereales y productos derivados
- Cacao y derivados
- Confitería
- Frutas
- Leche y productos lácteos
- Nueces y semillas
- Aceite y grasas
- Carne
- Suplemento dietario
- Alimento animal

La verificación del procedimiento analítico se realizará atendiendo los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017.

### 1.2 Alcance.

Aplica para la verificación del procedimiento analítico PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína Método Kjeldahl, ejecutado sobre las matrices relacionadas en el numeral 1.1

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

### 2.1 Definiciones.

Para el presente documento aplicarán las definiciones establecidas en el numeral 2.1 del procedimiento PROC – TC- 012 [1]

### 2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere al elemento o material bajo ensayo.

## 3. REFERENCIAS.

[1] PROC – TC – 012. Procedimiento para la validación o confirmación de métodos analíticos.

[2] PROC – TC – 052. Procedimiento de ensayo de proteína Método Kjeldahl

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

#### 4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

La determinación de proteína en alimentos se realiza sometiendo una porción de la muestra a digestión ácida, en presencia de un catalizador, con el fin de hidrolizar el nitrógeno orgánico, presente en las proteínas, pasando éste a estado inorgánico como ion amonio ( $\text{NH}_4^+$ ). El nitrógeno inorgánico es destilado y luego titulado con ácido clorhídrico con ayuda de un titulador automático.

#### 5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A CONFIRMAR.

El método bajo verificación debe cumplir los siguientes requisitos, a fin de que sea considerado como apto o válido para el uso previsto:

El método debe ser aplicable a muestras de alimentos sólidas, semisólidas y líquidas. Debe mostrar un adecuado desempeño en todo el rango de operación (0.01g/100g – 100 g/100g)

#### 6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.

##### 6.1 CARACTERISITICAS DE DESEMPEÑO A EVALUAR

Como resultado del ejercicio de verificación del procedimiento se debe evidenciar que el procedimiento de ensayo de proteína cumple con los siguientes parámetros de desempeño:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	0 – 100	g/100g
Límite de cuantificación	0.01	g/100g
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 4%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 5%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

\* La exactitud se evaluará sobre materiales de referencia certificados disponibles en el laboratorio para algunas matrices.

##### 6.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

Los parámetros son determinados de acuerdo a las siguientes instrucciones:

Se analizarán seis lotes de ítems de ensayo cada uno en un día diferente. Los primeros tres lotes serán analizados por el Líder de Laboratorio Ferney Ruiz y el segundo por el analista John Franco.

Los lotes de análisis tendrán la misma composición, la cual se muestra a continuación:

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

<b>Cod. Muestra</b>	<b>Muestra</b>	<b>Matriz</b>
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	Aguas
0074-18	SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	Evaluación del límite superior del rango
1249-17	MR CER-05 - API	Cereales y productos derivados
1427-17	Choco express con azúcar Lote: 9900058935	Cacao y derivados
1432-17	Galletas Dulces saborizadas Lote: L2017 14 M3 17 093 05	Confitería
1423-17	Granola Lote: 7186082709 15:12	Cereales y productos derivados
1425-17	Jugo de Manzana MOTT'S Lote: 071217 AH 12:49	Frutas
1431-17	Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	Leche y productos lácteos
1430-17	Leche en polvo entera Lote: 2127020002	Leche y productos lácteos
1420-17	Maíz Amarillo Retrillado Lote: 2903517	Nueces y semillas
1419-17	Margarina Vegetal con Canola Lote: 14 B43	Aceite y grasas
0083-18	Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	Carne
0073-18	Proteína Vegetal Nutrilite Lote 61206V7A 16.28	Suplemento dietario
1461-17	Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada Lote: 25117	Frutas
0081-18	Purina DOGCHOW Cachorros Lote 73010476 4C	Alimento animal
1418-17	Queso crema Lote: 2937023501	Leche y productos lácteos

La trazabilidad de las muestras utilizadas se encuentra en el software para manejo de muestras de AOXLAB S. A. S.

Los equipos que se utilizará para la realización del ejercicio de verificación son:

<b>EQUIPO</b>	<b>ID</b>	<b>FUNCIONAMIENTO</b>	<b>CALIBRACIÓN</b>
Balanza Analítica Radwag	006	SI	CUMPLE
Digestor de grafito HANON	153	SI	CUMPLE
Autodestilador Kjeldahl	0154	SI	CUMPLE
Titulador Potenciométrico	152	SI	CUMPLE

El material con el cual se realizará el ejercicio de verificación es el siguiente:

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

MATERIAL	ID	CANTIDAD	ESTADO
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	SRM 3233	60 g	Material en buenas condiciones.

Los reactivos empleados para la preparación de soluciones y estándares se relacionan en la tabla siguiente:

REACTIVO	MARCA	LOTE	VIGENCIA
Ácido sulfúrico concentrado (95-97%)	Merck	K50289531	2021-06-30
NaOH solido en lentejas	Honeywell	SZBG267011	2019-03-30
Rojo de metilo	Panreac	0000452407	2019-07-30
Verde de bromocresol	Fishcer Scientific		
Ácido bórico			
Ácido clorhídrico 0.1N	Merck	HC85524460	2021-03-31
Catalizador Kjeldahl			

El procedimiento para llevar a cabo los cálculos se documenta en PROC – TC – 013 Procedimiento de verificación o validación de métodos analíticos.

Los resultados obtenidos son registrados en el formato FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

## **7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE CONFIRMACIÓN.**

La verificación de cumplimiento de los parámetros o características del método a confirmar es realizada a través de una tabla comparativa entre los valores de los requisitos a cumplir (numeral 6.1) y los valores obtenidos por la aplicación del método en cada matriz.

## **8. CONCLUSIONES DE LA CONFIRMACIÓN.**

Al término de la confirmación, se emitirá una declaratoria acerca de la aptitud del laboratorio para operar el método normalizado, en función de los resultados obtenidos.

Esta declaratoria es registrada en el formato FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

## **9. INFORME.**

La verificación del método es reportada en un Informe de Confirmación, que incluye al menos: a) los resultados obtenidos, b) el procedimiento utilizado para la confirmación y c) una declaración sobre la aptitud del laboratorio para operar el método normalizado.

	<p align="center"><b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b></p> <p align="center"><b>AOXLAB S.A.S</b></p>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

Usar el formato FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

## **10. RESPONSABILIDADES.**

### **10.1 Director Técnico.**

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

### **10.2 Líder de Laboratorio.**

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado. Participar como analista durante el ejercicio de verificación

### **10.3 Analistas.**

Aplicar el presente documento.

## **11. FORMATOS RELACIONADOS.**

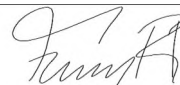
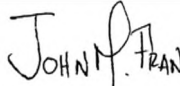
FOR-TC-047 Formato de informe de confirmación de método analítico.

	<b>Plan de Validación o Verificación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> PROC-TC-013
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2052/08/01

## 12. ANEXOS.


### ANEXO 1: FICHA RESUMEN DEL PLAN DE VALIDACION

#### IDENTIFICACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO VALIDADO

<b>Nombre completo del método:</b> Determinación de % de Proteína <b>Método de referencia:</b> AOAC 936.15, 2001.11 y J. AOAC Int 85, 309 (2002). <b>Procedimiento interno:</b> PROC – TC - 053					
<b>Tipo de método:</b>	Cualitativo		Cuantitativo	X	
<b>Origen del método</b>	Normalizado	X	No Normalizado		Otro
	Normalizado modificado		Interno		
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Analito:</b> Proteína</li> <li>• <b>Unidades:</b> g/100g</li> <li><b>Matrices:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Aguas</li> <li>• Cereales y productos derivados</li> <li>• Cacao y derivados</li> <li>• Confitería</li> <li>• Frutas</li> <li>• Leche y productos lácteos</li> <li>• Nueces y semillas</li> <li>• Aceite y grasas</li> <li>• Carne</li> <li>• Suplemento dietario</li> <li>• Alimento animal</li> </ul> </li> </ul>			<b>Responsables por la validación</b>		
			<b>Responsable</b>	<b>Firma</b>	
			Ferney Ruiz		
			John Franco		
			<b>Fecha de entrega del informe de la validación:</b> Julio 31 de 2018		

#### PARÁMETROS DE VALIDACIÓN

Selectividad		Linealidad / intervalo de trabajo	X
Sensibilidad		Límite de detección	X
Límite de cuantificación	X	Veracidad	X
Repetibilidad	X	Reproducibilidad	X
Robustez	X	Recuperación	

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  AOXLAB S.A.S.	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10


## **DOCUMENTO CONTROLADO**

# **ICR-TC-052-01**

# **Informe de verificación del ensayo de Proteína**

## **AOXLAB S.A.S.**



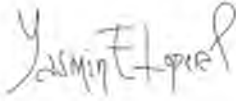
**\* PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína**

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

## DOCUMENTO CONTROLADO

### ICR-TC-052-01 Informe de verificación del ensayo de proteína


Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
<b>Elaboró:</b>	Wlner Ferney Ruiz Patiño	Líder Laboratorio		2018/01/09
<b>Revisó:</b>	Nataly Botero Rivera	Líder de Calidad		2018/01/09
<b>Aprobó:</b>	Yasmín Eliana Lopera Pérez	Gerente y Director Técnico		2018/01/09
<b>Localización del documento:</b>		<a href="http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/">http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/</a>		

### Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2018/01/10	1	Ninguno (versión original).	WFRP	YELP	YELP

\* PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína


	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

# Informe de verificación del ensayo de proteína

ICR-TC-052-01  
2018/07/24


FOR-TC-047

AOXLAB S.A.S

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> <b>FOR-TC-047</b>
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

## ÍNDICE

<b>1. OBJETIVO Y ALCANCE.....</b>	<b>5</b>
<b>1.1 Objetivo.....</b>	<b>5</b>
<b>1.2 Alcance.....</b>	<b>5</b>
<b>2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....</b>	<b>5</b>
<b>2.1 Definiciones.....</b>	<b>5</b>
<b>2.2 Notaciones.....</b>	<b>7</b>
<b>3. REFERENCIAS.....</b>	<b>7</b>
<b>4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.....</b>	<b>8</b>
<b>5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.....</b>	<b>8</b>
<b>6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.....</b>	<b>8</b>
<b>7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1 RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA MATRIZ EVALUADA.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1.1 Intervalo de trabajo.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1.2 Límite de detección y cuantificación.....</b>	<b>10</b>
<b>7.1.3 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad.....</b>	<b>11</b>
<b>7.1.4 Exactitud Sesgo.....</b>	<b>30</b>
<b>7.1.5 Robustez.....</b>	<b>31</b>
<b>8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.....</b>	<b>31</b>
<b>9. INFORME.....</b>	<b>31</b>
<b>9.1 Firmas del personal de validación.....</b>	<b>31</b>
<b>10. RESPONSABILIDADES.....</b>	<b>32</b>
<b>10.1 Líder de Calidad.....</b>	<b>32</b>
<b>10.2 Líder de Laboratorio.....</b>	<b>32</b>
<b>10.3 Analistas.....</b>	<b>32</b>
<b>11. FORMATOS RELACIONADOS.....</b>	<b>32</b>
<b>12. ANEXOS.....</b>	<b>32</b>

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1 Objetivo.

Evaluar los resultados obtenidos del ejercicio de validación / verificación del método analítico PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína Método Kjeldahl, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 936.15, 2001.11 y J. AOAC Int 85, 309 (2002), de acuerdo con el diseño experimental y criterios de aceptación establecidos en PROC-TC-012 y **PLN-TC-052-01** Plan de Validación o Verificación del método proteína y atendiendo los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].

### 1.2 Alcance.

Las conclusiones y declaraciones consignadas en el presente documento aplican para los resultados del ejercicio de verificación de métodos analíticos, analítico PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína siguiendo fielmente el diseño experimental establecido en **PLN-TC-052-01** Plan de Validación o Verificación del método proteína cuyos resultados son consignados en el presente informe.

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

### 2.1 Definiciones.

#### **Analito [6].**

Componente de un sistema a ser medido químicamente.

#### **Blanco [6].**

Material que es similar en matriz y estado físico de preparación a las muestras que están siendo analizadas como muestras problema, pero que no contiene el analito nativo y que es usado con el propósito de dar seguimiento a diferentes aspectos del proceso analítico.

#### **Conjunto de detección [9].**

Combinación de placas o tubos en los que se basa la estimación cuantitativa de la concentración microbiana en una muestra.

#### **Documento [2].**

Información y su medio de soporte.

#### **Ensayo/prueba [2].**


Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

#### **Incertidumbre [3].**

Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza.

#### **Intervalo de trabajo [6].**

Intervalo de concentraciones analíticas o los valores de las propiedades sobre las cuales el método va a ser aplicado. Dentro del intervalo de trabajo puede existir un

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

intervalo de respuesta lineal. Dentro de este intervalo lineal de respuesta habrá una relación lineal con la concentración del analito.

**Límite de cuantificación [6].**

Concentración mínima del analito en una muestra que puede determinarse con un nivel de incertidumbre aceptable, bajo las condiciones de operación establecidas.

**Límite de detección [6].**

Mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

**Material de referencia certificado [3].**

Material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos.

**Precisión [3].**

Proximidad entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas.

**Procedimiento [2].**

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

**Recuperación [6].**

Proporción del analito presente o adicionado a una muestra que sirve para evaluar la eficiencia del método de ensayo.

**Repetibilidad [3].**

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad.

**Reproducibilidad [3].**

Precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de reproducibilidad

**Robustez [6].**


Medida de la capacidad de un método de ensayo de permanecer inalterado por variaciones pequeñas, pero deliberadas, en los parámetros del método y proporciona una indicación de su confiabilidad durante su uso normal.

**Selectividad [6].**

Capacidad de un método para determinar exacta y específicamente un analito de interés en presencia de otros componentes en la matriz bajo las condiciones de ensayos establecidos y puede ser:

Cualitativa: el grado en el cuál otras sustancias interfieren con la determinación de una sustancia de acuerdo con un procedimiento dado y/o

Cuantitativa: un término usado en conjunto con otros términos (por ejemplo: constante, coeficiente, índice, factor, número) para la caracterización cuantitativa de interferencias.

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

### **Sensibilidad [6].**

La pendiente de la curva de calibración. Si la curva es efectivamente una “curva”, en lugar de ser una línea recta, entonces la sensibilidad será una función de la cantidad o concentración del analito.

### **Sesgo [6].**

Medida del error sistemático de un procedimiento analítico dado y es la desviación, positiva o negativa, de la media de los resultados analíticos con respecto al valor convencionalmente verdadero.

### **Validación [2].**

Verificación mediante la aportación de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista.

### **Verificación [2].**

Verificación, a través de la aportación de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos especificados.

### **Veracidad [3].**

Proximidad entre la media de un número infinito de valores medidos repetidos y un valor de referencia.

## **2.2 Notaciones.**

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:


“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere al elemento o material bajo ensayo.

## **3. REFERENCIAS.**

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.
- [3] VIM: 2008, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.
- [4] ISO/IEC 17000:2004 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.
- [5] ISO/TR 10013:2001 Guidelines for quality management system documentation.
- [6] NMX-CH-152-IMNC: 2005 Metrología en química-vocabulario

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> <b>FOR-TC-047</b>
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2018/01/10</b>

[7] Eurolab España. P.P. Morillas y colaboradores. Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados (1ª ed. 2016). Disponible en [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).

[8] MILLER, N. J. y MILLER, J. C.: ESTADÍSTICA Y QUIMIOMETRÍA PARA QUÍMICA ANALÍTICA (4ª ed. 2002). ISBN: 84-205-3514-1

#### 4. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A VALIDAR.

PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína Método Kjeldahl, el cual está basado en los métodos de referencia AOAC 936.15, 2001.11 y J. AOAC Int 85, 309 (2002).

#### 5. ESPECIFICACIÓN DE LOS REQUISITOS DEL MÉTODO A VALIDAR.


Las características deseables del método de ensayo PROC – TC – 052 procedimiento de ensayo proteína Método Kjeldahl fueron consignadas en el numeral 5 del plan de validación **PLN-TC-052-01** Plan de Validación o Verificación del método proteína Método Kjeldahl.

#### 6. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.

Los requisitos correspondientes a los parámetros de desempeño evaluados, así como el correspondiente diseño experimental para obtener los resultados que permitieron llevar a cabo la evaluación del método analítico son:

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES
Intervalo de trabajo	0 – 100	g/100g
Límite de cuantificación	0.01	g/100g
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 10%	%
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 4%	%
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 5%	%
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	

\* La exactitud se evaluará sobre materiales de referencia certificados disponibles en el laboratorio para algunas matrices.

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> <b>FOR-TC-047</b>
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2018/01/10</b>

## 7. VERIFICACIÓN DE CUMPLIMIENTO DE PARÁMETROS O CARACTERÍSTICAS DE VALIDACIÓN.

A continuación, se muestra la tabla comparativa que muestra los valores de los requisitos a cumplir y los valores obtenidos por la aplicación del método.

PARAMETRO	CRITERIO	UNIDADES	CUMPLE SI/NO
Intervalo de trabajo	0 – 100	%	CUMPLE
Límite de cuantificación	0.01	%	CUMPLE
Exactitud* (Veracidad)	E. R. % máximo 10%	%	CUMPLE
Precisión - repetibilidad	C. V. % máximo 4%	%	CUMPLE
Precisión - reproducibilidad	C. V. % máximo 5%	%	CUMPLE
Robustez ante el cambio de analista	Robusto	N. A	CUMPLE

El laboratorio AOXLAB de acuerdo con los resultados obtenidos estableció utilizar el valor máximo de CV % obtenido dentro de las matrices evaluadas ya que el laboratorio en su diario proceder analiza matrices diversas que aportan un mayor o menor CV%.


### 7.1 RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA MATRIZ EVALUADA

#### 7.1.1 Intervalo de trabajo

Se evaluaron matrices que pertenecieran a los principales grupos alimentarios y que tuvieran contenidos bajos, intermedio y altos de proteína para evaluar el rango de 0 -100%.

En la siguiente tabla se presenta el resumen de los resultados promedio de proteína obtenidos.

Muestra	% Proteína Promedio	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,06	1,29%	1,08%
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,15	5,14%	7,57%
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,18	8,16%	6,93%
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,39	2,05%	2,10%
Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,42	4,18%	3,89%
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	0,42	0,38%	0,3%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Muestra	% Proteína Promedio	C.V % Repetibilidad	C.V % Reproducibilidad
Queso crema Lote: 2937023501	5,1342	0,65%	0,56%
Leche condensada azucarada semidescremada Lote: 72240464	6,28	2,54%	2,23%
Choco express con azúcar Lote: 9900058935	6,80	0,40%	0,36%
Galletas Dulces saborizadas Lote: L2017 14 M3 17 093 05	6,87	1,44%	2,142%
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,03	1,165%	1,00%
Maíz Amarillo Retrillado Lote: 2903517	7,11	0,59%	0,55%
CER-05 Lote: 0	9,51	1,378%	1,16%
Granola Lote: 7186082709 15:12	9,68	0,87%	0,72%
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	17,94	4,82%	6.00%
Proteína Vegetal Nutrilite Lote 61206V7A 16.28	80,58	0,11%	0,10%


La tabla anterior muestra que la precisión obtenida sobre las diferentes matrices cumple con el requisito establecido para dicho parámetro en el plan de validación en el rango comprendido entre 0,06 y 80,58 %. por tanto es posible concluir que el método es aplicable en dicho intervalo y por tanto el atributo rango de aplicación se aprueba.

Tal como se observa en los resultados el LOD y el LQD va a depender de cada matriz evaluada y de su respectivo contenido de fósforo.

### 7.1.2 Límite de detección y cuantificación

Los límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ) fueron determinados mediante el análisis de 6 muestras de agua en condiciones de reproducibilidad. Estas equivalen a una matriz líquida sin contenido de proteína. (Blanco de matriz). Los resultados obtenidos se muestran a continuación:

MUESTRA		RESULTADO g /100g	ANALISTA
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	JMFR
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0647	JMFR
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	JMFR
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0639	WFRP
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0648	WFRP
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0639	WFRP

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10


0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0648	JMFR
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	JMFR
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0648	JMFR
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	WFRP
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	WFRP
0080-18	Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0639	WFRP
	<b>Promedio</b>	0,0638	
	<b>D. S.</b>	0,001	
	<b>LOD</b>	0,002	
	<b>LOQ</b>	0,008	

Con los resultados anteriores, se establece que el LOD para el ensayo es de 0,002 g proteína/100g y el LOQ se fija en 0,008 g proteína/100g.

### 7.1.3 Precisión- Reproducibilidad y repetibilidad

Los resultados obtenidos por cada matriz evaluada están consignados en el Registro de validaciones SOFT-TC-012 Registro verificaciones de proteína Método Kjeldahl 2018-01.

En él se detallan para cada matriz evaluada:

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	0,0639
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0647	0,0648
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	0,0639
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0648	0,0630
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0630	0,0630
Agua Cristal Lote L7R0002658191	0,0648	0,0639

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	0,383338583	0,06388976	9,22E-07
WFRP	6	0,382431043	0,06373851	4,24E-07

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	6,8636E-08	1	6,8636E-08	0,101986	0,75603081	4,96460274
Dentro de los grupos	6,7299E-06	10	6,7299E-07			
Total	6,7986E-06	11				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,2855%
C.V % Reproducibilidad	1,0761%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
CER-05_Lote: 0	9,36	9,53
CER-05_Lote: 0	9,47	9,61
CER-05_Lote: 0	9,75	9,41
CER-05_Lote: 0	9,38	9,38
CER-05_Lote: 0	9,69	9,49
CER-05_Lote: 0	9,48	9,53

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	57,1277006	9,52128343	0,026849
WFRP	6	56,95379931	9,49229989	0,00745

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00252014	1	0,00252014	0,146952	0,709489156	4,96460274
Dentro de los grupos	0,17149454	10	0,01714945			
<b>Total</b>	<b>0,17401468</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,3775%
C.V % Reproducibilidad	1,1653%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	6,83	6,81
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	6,79	6,76
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	6,79	6,83
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	6,77	6,80
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	6,76	6,78
Choco express con azúcar_Lote: 9900058935	6,81	6,83

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	40,75905805	6,79317634	0,000697
WFRP	6	40,82000891	6,80333482	0,0008

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00030958	1	0,00030958	0,4136	0,534615953	4,96460274
Dentro de los grupos	0,0074851	10	0,00074851			
Total	0,00779468	11				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,4024%
C.V % Reproducibilidad	0,3610%


	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	7,05	6,79
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	7,00	6,81
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	6,98	6,74
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	6,79	6,85
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	6,75	6,89
Galletas Dulces saborizadas_Lote: L2017 14 M3 17 093 05	7,03	6,77

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	41,59580962	6,93263494	0,016327
WFRP	6	40,85613131	6,80935522	0,003137

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,04559367	1	0,04559367	4,684993	0,055686289	4,96460274
Dentro de los grupos	0,09731853	10	0,00973185			
<b>Total</b>	<b>0,1429122</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	1,4357%
C.V % Reproducibilidad	2,1432%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
Granola_Lote: 7186082709 15:12	9,68	9,67
Granola_Lote: 7186082709 15:12	9,81	9,79
Granola_Lote: 7186082709 15:12	9,56	9,65
Granola_Lote: 7186082709 15:12	9,68	9,57
Granola_Lote: 7186082709 15:12	9,70	9,79
Granola_Lote: 7186082709 15:12	9,63	9,65

#### Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	58,06909751	9,67818292	0,006841
WFRP	6	58,12562626	9,68760438	0,007462

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10


#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00026629	1	0,00026629	0,037238	0,850843861	4,96460274
Dentro de los grupos	0,07151043	10	0,00715104			
<b>Total</b>	<b>0,07177672</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,8733%
C.V % Reproducibilidad	0,7197%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,16	0,14
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,15	0,15
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,17	0,15
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,15	0,15
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,14	0,15
Jugo de Manzana MOTT'S_Lote: 071217 AH 12:49	0,16	0,14

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	0,921600669	0,15360011	9,11E-05
WFRP	6	0,865288396	0,14421473	2,6E-05


#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00026426	1	0,00026426	4,515803	0,059516215	4,96460274
Dentro de los grupos	0,00058518	10	5,8518E-05			
<b>Total</b>	<b>0,00084944</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	5,1372%
C.V % Reproducibilidad	7,5710%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
<b>Muestra</b>		
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	6,56	6,23
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	6,06	6,24
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	6,45	6,30

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	6,13	6,44
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	6,10	6,39
Leche condensada azucarada semidescremada_Lote: 72240464	6,21	6,21

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	37,50088366	6,25014728	0,042272
WFRP	6	37,80964617	6,3016077	0,00869

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00794452	1	0,00794452	0,311778	0,588873848	4,96460274
Dentro de los grupos	0,25481332	10	0,02548133			
<b>Total</b>	<b>0,26275784</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	2,5435%
C.V % Reproducibilidad	2,2328%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,39	0,39
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,37	0,39
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,40	0,39
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,39	0,40
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,39	0,38
Leche en polvo entera_Lote: 2127020002	0,38	0,39

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	2,316725183	0,38612086	0,000101
WFRP	6	2,346353229	0,39105887	2,61E-05

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	7,3152E-05	1	7,3152E-05	1,149272	0,308891461	4,96460274
Dentro de los grupos	0,00063651	10	6,3651E-05			
Total	0,00070966	11				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	2,0531%
C.V % Reproducibilidad	2,1036%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	7,15	7,15
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	7,04	7,08
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	7,15	7,14
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	7,12	7,05
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	7,15	7,13
Maíz Amarillo Retrillado_Lote: 2903517	7,11	7,05

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	42,72201161	7,12033527	0,001627
WFRP	6	42,60494489	7,10082415	0,001893

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00114205	1	0,00114205	0,648769	0,43928538	4,96460274
Dentro de los grupos	0,01760336	10	0,00176034			
<b>Total</b>	<b>0,01874541</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,5901%
C.V % Reproducibilidad	0,5544%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,1575	0,1952
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,16	0,16
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,20	0,19
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,17	0,17
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,18	0,18
Margarina Vegetal con Canola_Lote: 14 B43	0,18	0,17

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	1,043896654	0,17398278	0,000236
WFRP	6	1,064284367	0,17738073	0,000174

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	3,4638E-05	1	3,4638E-05	0,168706	0,689926939	4,96460274
Dentro de los grupos	0,00205317	10	0,00020532			
Total	0,00208781	11				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	8,1562%
C.V % Reproducibilidad	6,9347%


	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g) Muestra	Analista	
	JMFR	WFRP
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	17,50	18,70
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	17,07	19,29
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	17,10	19,58
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	18,89	17,97
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	17,53	17,40
Pechugas sin piel marinadas FRIKO Lote L002F	17,11	17,13

Análisis de varianza de un factor

**RESUMEN**

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	105,196394	17,5327323	0,482877
WFRP	6	110,067753	18,3446255	1,010551

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	1,97751155	1	1,97751155	2,648286	0,13471996	4,96460274
Dentro de los grupos	7,46713771	10	0,74671377			
<b>Total</b>	<b>9,44464925</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión


C.V % Repetibilidad	4,8171%
C.V % Reproducibilidad	5,9961%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	80,66	80,66
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	80,51	80,59
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	80,71	80,70
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	80,50	80,61
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	80,47	80,48
Proteína Vegetal Nutrilite _ Lote_61206V7A 16.28	80,57	80,54

#### Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
80,66432625	5	402,7562631	80,5512526	0,009568
80,65732125	5	402,9199234	80,5839847	0,00673

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10


#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00267847	1	0,00267847	0,328674	0,582193263	5,31765507
Dentro de los grupos	0,06519449	8	0,00814931			
<b>Total</b>	<b>0,06787296</b>	<b>9</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,1120%
C.V % Reproducibilidad	0,0987%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
Muestra Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,43	0,41
Muestra Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,38	0,44
Muestra Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,42	0,42
Muestra Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,43	0,39
Muestra Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,40	0,43
Muestra Pulpa de Mango Congelada sin Azúcar adicionada_Lote: 25117	0,42	0,43

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	2,477626298	0,41293772	0,000349
WFRP	6	2,524161796	0,42069363	0,000259


#### ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00018046	1	0,00018046	0,593809	0,458768765	4,96460274
Dentro de los grupos	0,00303907	10	0,00030391			
<b>Total</b>	<b>0,00321953</b>	<b>11</b>				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	4,1824%
C.V % Reproducibilidad	3,8890%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
<b>Muestra</b>		
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	29,43	29,51
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	29,56	29,43
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	29,25	29,39
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	29,32	29,49
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	29,28	29,27
Purina_DOGCHOW_Cachorros Lote 73010476 4C	29,53	29,44

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	176,357965	29,3929942	0,017773
WFRP	6	176,5264414	29,4210736	0,007514

ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00236536	1	0,00236536	0,187078	0,674538387	4,96460274
Dentro de los grupos	0,12643672	10	0,01264367			
<b>Total</b>	<b>0,12880208</b>	<b>11</b>				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,3824%
C.V % Reproducibilidad	0,3265%

<b>Grasa (g/100g)</b>	<b>Analista</b>	
	<b>JMFR</b>	<b>WFRP</b>
<b>Muestra</b>		
Queso crema_Lote: 2937023501	5,09	5,8
Queso crema_Lote: 2937023501	5,17	5,12
Queso crema_Lote: 2937023501	5,15	5,10
Queso crema_Lote: 2937023501	5,15	5,11
Queso crema_Lote: 2937023501	5,10	5,16
Queso crema_Lote: 2937023501	5,11	5,17

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN


<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
JMFR	6	30,77830102	5,12971684	0,001169
WFRP	6	30,83260348	5,13876725	0,001059

ANÁLISIS DE VARIANZA

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,00024573	1	0,00024573	0,220617	0,64864496	4,96460274
Dentro de los grupos	0,0111383	10	0,00111383			
Total	0,01138403	11				

Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	0,6500%
C.V % Reproducibilidad	0,5593%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Grasa (g/100g)	Analista	
	JMFR	WFRP
Muestra		
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	6,91	7,06
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,11	6,91
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,05	7,00
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,05	7,17
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,02	6,93
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,08	7,02

Análisis de varianza de un factor

#### RESUMEN


Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
JMFR	6	42,21789937	7,03631656	0,004629
WFRP	6	42,08528484	7,01421414	0,008759

#### ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00146555	1	0,00146555	0,218942	0,649878606	4,96460274
Dentro de los grupos	0,06693792	10	0,00669379			
Total	0,06840348	11				

#### Evaluación de la precisión

C.V % Repetibilidad	1,1646%
C.V % Reproducibilidad	1,0016%

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b> <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10


Como se discutió en el atributo rango de aplicación, la repetibilidad y la reproducibilidad obtenidas para las diferentes matrices se encuentran acorde con los criterios establecidos en el correspondiente plan de validación y por tanto el parámetro precisión se aprueba

En las diferentes tablas se puede observar que la variación de la repetibilidad y reproducibilidad está dada por la complejidad de las matrices analizadas.

#### 7.1.4 Exactitud Sesgo

La exactitud se evaluó a través del sesgo obtenido, expresado como error relativo porcentual (b%), en el análisis del material de referencia SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal, correspondiente a la matriz cereal. Este material fue analizado por dos analistas y los resultados se muestran en seguida:

Muestra	Resultado	b%	Analista
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	6,91	4,7%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,11	1,9%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,05	2,7%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,05	2,8%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,02	3,2%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,08	2,4%	JMFR
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,06	2,6%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	6,91	4,7%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	6,99	3,5%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,17	1,1%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	6,93	4,4%	WFRP
SRM 3233 - Fortified Breakfast Cereal	7,02	3,2%	WFRP

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

Los resultados muestran que en ningún caso se superó el criterio de exactitud establecido en el plan de validación, lo que prueba que el método es exacto. Por lo anterior, se aprueba el método exactitud.

### 7.1.5 Robustez

La robustez ante el cambio de analista fue evaluada mediante el análisis ANOVA de los resultados obtenidos al ejecutar el ensayo por los analistas Ferney Ruiz y John Franco. Los resultados obtenidos se muestran en las tablas listadas en el ítem correspondiente al atributo precisión.

De las tablas de resultados, se advierte que el valor de F calculado en ningún caso supera el valor crítico de F al ejecutarse el ensayo por los dos analistas sobre la totalidad de las matrices. Este hallazgo indica que el ensayo tal y como se ejecuta en AOXLAB S. A. S., no es sensible ante el cambio de analista y por tanto el método cumple el criterio de precisión. Por lo anterior, el atributo robustez se aprueba.

## 8. CONCLUSIONES DE LA VALIDACIÓN.

Con base en los resultados obtenidos, la Directora Técnica de AOXLAB S. A. S., declara que el método es apto para el uso previsto, de acuerdo con los requerimientos establecidos por el laboratorio.

## 9. INFORME.

El presente informe es aprobado por la Directora Técnica y debe estar disponible para consulta permanente en los archivos correspondientes a este ensayo.

### 9.1 Firmas del personal de validación.

Realizó:



Nombre y firma  
Analistas

Revisó:




Nombre y firma  
Líder Laboratorio

Aprobó:



Nombre y firma  
Directora técnica

	<b>Informe de validación o confirmación de métodos analíticos</b>  <b>AOXLAB S.A.S.</b>	<b>Identificación:</b> FOR-TC-047
		<b>Revisión:</b> 1
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2018/01/10

## **10. RESPONSABILIDADES.**

### **10.1 Líder de Calidad.**

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

### **10.2 Líder de Laboratorio.**

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.

### **10.3 Analistas.**

Aplicar el presente documento.

## **11. FORMATOS RELACIONADOS.**

SOFT-TC-012 Registro verificaciones de proteína Método Kjeldahl 2018-01.

## **12. ANEXOS.**

No aplica